

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-109345

(43) 公開日 平成8年(1996)4月30日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 D 11/00	P S Z			
B 4 1 J 2/01				
C 0 9 D 11/10	P T V			
			B 4 1 J 3/ 04	1 0 1 Y
			審査請求	未請求 請求項の数4 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号	特願平6-244463	(71) 出願人	000224123 藤倉化成株式会社 東京都板橋区蓮根3丁目25番3号
(22) 出願日	平成6年(1994)10月7日	(71) 出願人	000002060 信越化学工業株式会社 東京都千代田区大手町二丁目6番1号
		(72) 発明者	枝村 一弥 東京都港区芝公園2丁目6番15号 藤倉化成株式会社本社事務所内
		(72) 発明者	大坪 泰文 千葉県千葉市稲毛区小仲台9丁目21番1号 206
		(74) 代理人	弁理士 志賀 正武 (外2名) 最終頁に続く

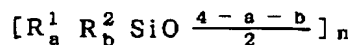
(54) 【発明の名称】 インクジェット記録用インク組成物

(57) 【要約】

【目的】 粒子分散型電気レオロジー流体をインクジェット記録用インクとして使用する際に、その電気レオロジー流体の分散媒としてインクジェット記録に好適な低粘度、高揮発性、高比重の分散媒を得る。

【構成】 下記一般式 (I) で表され、25℃での比重が1.00~1.50、沸点が50~300℃のフッ素変性シリコンオイルを分散媒とする。

【化1】



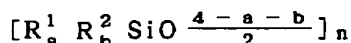
(R<sup>1</sup>はフッ素基含有アルキル基、R<sup>2</sup>は炭素数1~6の1価の炭化水素基、a+bは1.9~3.0、nは2~10までの数である。)

(2)

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記一般式（I）で表され、25℃における比重が1.00～1.50で、沸点が50～300℃であるフッ素変性シリコンオイルに誘電体粒子を分散してなる粒子分散型電気レオロジー流体を含有するインクジェット記録用インク組成物。

【化1】



（ $R^1$ はフッ素基含有アルキル基、 $R^2$ は炭素数1～6の1価の炭化水素基、 $a+b$ は1.9～3.0、 $n$ は2～10までの数である。）

【請求項2】 上記誘電体粒子が、有機高分子化合物からなる芯体と電気レオロジー効果を有する無機物からなる表層とによって構成された無機・有機複合粒子である請求項1記載のインクジェット記録用インク組成物。

【請求項3】 上記電気レオロジー効果を有する無機物が、無機イオン交換体、シリカゲルおよび電気半導体性無機物のうちから選択される1種以上である請求項2記載のインクジェット記録用インク組成物。

【請求項4】 上記フッ素変性シリコンオイルの25℃における比重が1.05～1.25であり、沸点が90～200℃である請求項1記載のインクジェット記録用インク組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】この発明は、インクジェットプリンターなどのインクジェット記録方式に用いられるインク組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】インクジェット記録方式に用いられるインクとして、電気レオロジー流体（以下、ER流体と略記する。）を用いる技術が既に提案されている（日本印刷学会誌、第29巻、第3号、第320～328頁（1992年）、電子写真学会誌、第32巻、第3号、第230～235頁（1993年）、特開平6-115094号公報等参照）。

【0003】この技術は、ER流体の電界印加による見かけの粘性増大効果を利用し、このER流体をインクとして利用するものである。図2は、この技術を模式的に示すもので、狭いノズル1内に加圧されたER流体からなるインク2が供給される。ノズル1の先端部は絞られてオリフィス状の噴射口3となっている。ノズル1には相対向する1対の電極4、4が設けられており、これら電極4、4によりノズル1内のインク2に電界が印加されるようになっている。

【0004】今、電極4、4に電圧を印加すると、ノズル1内のインク2の粘性が瞬時に大きく増加し、このためインク2が加圧されているにもかかわらず、インク2

は噴射口3から噴出することがない。ついで、電圧印加を停止すると、インク2の粘性が瞬時に元に戻り、加圧力によってインク2が液滴5となって噴射口3から噴出することになる。かくして、電極4、4への電圧印加のオン/オフでインク2の噴出口3からの噴出を制御できることになり、オンデマンド方式のインクジェット記録が行えるものである。

【0005】ところで、インクジェット記録用インクに要求される特性を考慮すると、第1にスムーズな液滴の形成のためにインクの分散媒は低粘度でなければならない。第2に速乾性であるために分散媒は高揮発性でなければならない。したがって、上述のようにER流体をインクジェット記録用インクに用いるには、ER流体の分散媒も当然低粘度で高揮発性でなければならない。

【0006】このような要求を満たす分散媒はどうしても分子量の小さなものとなってしまい、このようなものは自ずと低比重となる。ER流体の分散媒が低比重であると、誘電体粒子を分散媒に分散した粒子分散型ER流体では、誘電体粒子の沈降の問題が表れる。したがって、粒子分散型ER流体をインクジェット記録用インクに利用する場合には、ER流体を構成する分散媒には低粘度、高揮発性、高比重であることが要求される。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】よって、この発明における課題は、インクジェット記録用インクとして用いられる粒子分散型ER流体の分散媒として好適な低粘度、高揮発性、高比重の分散媒を得ることにある。

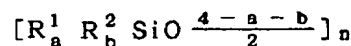
【0008】

【課題を解決するための手段】かかる課題は、特定の化学構造を有するフッ素変性シリコンオイルを用いることで解決される。

【0009】以下、この発明を詳しく説明する。この発明のインクジェット記録用インク組成物は、ER流体を必須成分とするもので、このER流体は下記一般式（I）で表される化学構造を有し、かつその25℃における比重が1.00～1.50で、沸点が50～300℃である揮発性フッ素変性シリコンオイルを分散媒とし、これに誘電体粒子（以下、ER粒子と略記する。）を分散したものである。

【0010】

【化2】



（ $R^1$ はフッ素基含有アルキル基、 $R^2$ は炭素数1～6の1価の炭化水素基、 $a+b$ は1.9～3.0、 $n$ は2～10までの数である。）

【0011】このフッ素変性シリコンオイルの25℃での比重が1.00未満であると、ER粒子の沈降が激しくなり、1.50を越えると逆にER粒子が浮上し、

(3)

3

好ましくない。さらに好ましい比重の範囲は1.05～1.25である。また、フッ素変性シリコンオイルの沸点が50℃未満であるとインクとしたときの乾燥が速すぎて、ノズル内で目詰まりを起こしたりする不都合を生じ、300℃を越えると、インクとしての乾燥性が不足する。さらに好ましい沸点の範囲は90～200℃である。

【0012】さらに、フッ素変性シリコンオイルの粘度は、25℃の測定値で0.5～10c s程度とされる。粘度が0.5c s未満となると、非電界時にインクがノズル先端から自然に流出してしまい、一方10c sを越えると、インクの噴射がスムーズに行えないことになる。好ましい粘度の範囲は1.0～5.0c s、さらには1.5～3.0c sである。また、このフッ素変性シリコンオイルのフッ素変性の割合は、20～70%程度であることが好ましい。ここでのフッ素変性の割合とはフッ素変性シリコンオイル1分子中のフッ素原子の重量%を言う。

【0013】このフッ素変性シリコンオイルの合成法としては次の方法が挙げられる。たとえば、1, 3, 5-トリリス(トリフロロプロピル)-1, 3, 5-トリメチルトリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサンおよびヘキサメチルジシロキサンを酸触媒存在下攪拌することにより、側鎖にトリフロロプロピル基を有するフッ素変性シリコンオイルが得られる。また、1, 3, 5-トリリス(トリフロロプロピル)-1, 3, 5-トリメチルトリシロキサンと、グリニャール試薬たとえばメチルマグネシウムクロライドとを、テトラヒドロフラン溶媒還流下反応させ、その後水添加することによりヒドロキシシランを得た後、これ単独または末端ヒドロキシシリコンと共に酸性下加熱し末端にトリフロロプロピル基を有するフッ素変性シリコンを合成することができる。

【0014】そして、このフッ素変性シリコンオイルの具体的なものとしては、例えば信越化学工業株式会社から製造販売されている商品名「X-22-1058」などが挙げられる。また、この発明では、上述の構造式で示されるフッ素変性シリコンオイルを2種以上混合して、その混合物の比重、粘度および沸点が上述の範囲内に収まるようにして使用することもできる。

【0015】この本発明で用いられるER粒子としては、特に限定されず、従来のER流体において使用されてきた電気レオロジー効果を示すもの、例えばシリカ粉末、アルミナ粉末、酸化チタン粉末、プラスチック粒子、小麦粉、コーンスターチなど挙げられるが、この発明で好適なER粒子としては、有機高分子化合物からなる芯体と電気レオロジー効果を有する無機物(以下、ER無機物と略記する。)からなる表層とによって形成される無機・有機複合粒子が挙げられる。即ち、概念的に図1に示すように、有機高分子化合物からなる芯体1の

4

表面をER無機物の微粒子2が層状に密集して被覆し、表層3を形成しているものである。

【0016】このような無機・有機複合粒子の芯体1として使用し得る有機高分子化合物の例としては、ポリ(メタ)アクリル酸エステル、(メタ)アクリル酸エステルスチレン共重合体、ポリスチレン、ポリエチレン、ポリプロピレン、ニトリルゴム、ブチルゴム、ABS樹脂、ナイロン、ポリビニルブチレート、アイオノマー、エチレン-酢酸ビニル共重合体、酢酸ビニル樹脂、ポリカーボネート樹脂等の1種または2種以上の混合物または共重合体を挙げることができる。

【0017】また、無機・有機複合粒子の表層3として使用し得る好ましいER無機物は無機イオン交換体、シリカゲルおよび電気半導体性無機物のうちから選択される少なくとも一種からなるものである。これらはその無機・有機複合粒子を上記フッ素変性シリコンオイル中に分散するとき、優れた電気レオロジー効果を現し、良好なインクとなる。上記無機イオン交換体の例としては

(1)多価金属の水酸化物、(2)ハイドロタルサイト類、(3)多価金属の酸性塩、(4)ヒドロキシアパタイト、(5)ナシコン型化合物、(6)粘土鉱物、(7)チタン酸カリウム類、(8)ヘテロポリ酸塩、及び(9)不溶性フェロシアン化物を挙げるができる。

【0018】次に、それぞれの無機イオン交換体について詳しく説明する。

(1)多価金属の水酸化物。

これらの化合物は、一般式 $MO_x(OH)_y$ (Mは多価金属であり、xは零以上の数であり、yは正数である)で表され、例えば、水酸化チタン、水酸化ジルコニウム、水酸化ビスマス、水酸化錫、水酸化鉛、水酸化アルミニウム、水酸化タンタル、水酸化ニオブ、水酸化モリブデン、水酸化マグネシウム、水酸化マンガン、及び水酸化鉄等である。ここで、例えば水酸化チタンとは含水酸化チタン(別名メタチタン酸またはβチタン酸、 $TiO(OH)_2$ )及び水酸化チタン(別名オルソチタン酸またはαチタン酸、 $Ti(OH)_4$ )の双方を含むものであり、他の化合物についても同様である。

【0019】(2)ハイドロタルサイト類。

これらの化合物は、一般式 $M_{13}Al_6(OH)_{43}(CO)_3 \cdot 12H_2O$ (Mは二価の金属である)で表され、例えば二価の金属MがMg、CaまたはNi等である。

(3)多価金属の酸性塩。

これらは例えばリン酸チタン、リン酸ジルコニウム、リン酸錫、リン酸セリウム、リン酸クロム、ヒ酸ジルコニウム、ヒ酸チタン、ヒ酸錫、ヒ酸セリウム、アンチモン酸チタン、アンチモン酸錫、アンチモン酸タンタル、アンチモン酸ニオブ、タングステン酸ジルコニウム、バナジン酸チタン、モリブデン酸ジルコニウム、セレン酸チタン及びモリブデン酸錫等である。

(4)

5

【0020】(4) ヒドロキシアパタイト。

これらは例えばカルシウムアパタイト、鉛アパタイト、ストロンチウムアパタイト、カドミウムアパタイト等である。

(5) ナシコン型化合物。

これらには例えば  $(\text{H}_3\text{O})\text{Zr}_2(\text{PO}_4)_3$  のようなものが含まれるが、本発明においては  $\text{H}_3\text{O}$  を  $\text{Na}$  と置換したナシコン型化合物も使用できる。

(6) 粘土鉱物。

これらは例えばモンモリロナイト、セピオライト、ベントナイト等であり、特にセピオライトが好ましい。

【0021】(7) チタン酸カリウム類。

これらは一般式  $a\text{K}_2\text{O} \cdot b\text{TiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  ( $a$  は  $0 < a \leq 1$  を満たす正数であり、 $b$  は  $1 \leq b \leq 6$  を満たす正数であり、 $n$  は正数である) で表され、例えば  $\text{K}_2 \cdot \text{TiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{K}_2\text{O} \cdot 2\text{TiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 、 $0.5\text{K}_2\text{O} \cdot \text{TiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 、及び  $\text{K}_2\text{O} \cdot 2.5\text{TiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  等である。なお、上記化合物のうち、 $a$  または  $b$  が整数でない化合物は  $a$  または  $b$  が適当な整数である化合物を酸処理し、 $\text{K}$  と  $\text{H}$  とを置換することによって容易に合成される。

【0022】(8) ヘテロポリ酸塩。

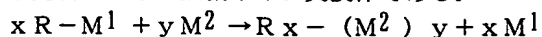
これらは一般式  $\text{H}_3\text{AE}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$  ( $\text{A}$  はリン、ヒ素、ゲルマニウム、またはケイ素であり、 $\text{E}$  はモリブデン、タングステン、またはバナジウムであり、 $n$  は正数である) で表され、例えばモリブドリン酸アンモニウム、及びタングストリン酸アンモニウムである。

(9) 不溶性フェロシアン化物。

これらは次の一般式で表される化合物である。 $\text{M}_{b-px}\text{A}[\text{E}(\text{CN})_6]$  ( $\text{M}$  はアルカリ金属または水素イオン、 $\text{A}$  は亜鉛、銅、ニッケル、コバルト、マンガン、カドミウム、鉄(III)またはチタン等の重金属イオン、 $\text{E}$  は鉄(II)、鉄(III)、またはコバルト(II)等であり、 $b$  は4または3であり、 $a$  は  $\text{A}$  の価数であり、 $p$  は  $0 \sim b/a$  の正数である。)

これらには例えば、 $\text{Cs}_2\text{Zn}[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  及び  $\text{K}_2\text{Co}[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  等の不溶性フェロシアン化合物が含まれる。

【0023】上記(1)～(6)の無機イオン交換体はいずれも  $\text{OH}$  基を有しており、これらの無機イオン交換体のイオン交換サイトに存在するイオンの一部または全部を別のイオンに置換したもの(以下、置換型無機イオン交換体という)も、本発明における無機イオン交換体に含まれるものである。即ち、前述の無機イオン交換体を  $\text{R}-\text{M}^1$  ( $\text{M}^1$  は、イオン交換サイトのイオン種を表す) と表すと、 $\text{R}-\text{M}^1$  における  $\text{M}^1$  の一部または全部を、下記のイオン交換反応によって、 $\text{M}^1$  とは異なるイオン種  $\text{M}^2$  に置換した置換型無機イオン交換体もまた、本発明における無機イオン交換体である。



6

(ここで  $x$ 、 $y$  はそれぞれイオン種  $\text{M}^2$ 、 $\text{M}^1$  の価数を表す)。  $\text{M}^1$  は  $\text{OH}$  基を有する無機イオン交換体の種類により異なるが、無機イオン交換体が陽イオン交換性を示すものでは、一般に  $\text{M}^1$  は  $\text{H}^+$  であり、この場合の  $\text{M}^2$  はアルカリ金属、アルカリ土類金属、多価典型金属、遷移金属または希土類金属等、 $\text{H}^+$  以外の金属イオンのいずれか任意のものである。  $\text{OH}$  基を有する無機イオン交換体が陰イオン交換性を示すものでは、 $\text{M}^1$  は一般に  $\text{OH}^-$  であり、その場合  $\text{M}^2$  は例えば  $\text{I}$ 、 $\text{Cl}$ 、 $\text{SCN}$ 、 $\text{NO}_2^-$ 、 $\text{Br}^-$ 、 $\text{F}^-$ 、 $\text{CH}_3\text{COO}^-$ 、 $\text{SO}_4^{2-}$  または  $\text{CrO}_4^{2-}$  等や錯イオン等、 $\text{OH}^-$  以外の陰イオン全般の内の任意のものである。

【0024】また、高温加熱処理により  $\text{OH}$  基を一旦失ってはいるが、水に浸漬させるなどの操作によって再び  $\text{OH}$  基を有するようになる無機イオン交換体については、その高温加熱処理後の無機イオン交換体等も本発明に使用できる無機イオン交換体の一種であり、その具体例としてはナシコン型化合物、例えば  $(\text{H}_3\text{O})\text{Zr}_2(\text{PO}_4)_3$  の加熱により得られる  $\text{HZr}_2(\text{PO}_4)_3$  やハイドロタルサイトの高温加熱処理物(500～700℃で加熱処理したもの)等がある。

【0025】これらの無機イオン交換体は一種類だけではなく、多種類を同時に表層3として用いることもできる。本発明の固有の効果を充分に発揮させるには、上記の無機イオン交換体として、多価金属の水酸化物、及び多価金属の酸性塩を用いることが特に好ましい。

【0026】また、電気半導体性無機物とは電気伝導度が室温にて  $10^3 \sim 10^{-11} \Omega^{-1}/\text{cm}$  の半導体領域にあり、例としては、金属酸化物、金属水酸化物、または、これらおよび上述の無機イオン交換体の少なくともいずれかに金属ドーピングを施したものである。

【0027】このような無機・有機複合粒子は種々な方法によって製造することができる。例えば、有機高分子化合物からなる芯体粒子1とER無機物の微粒子2をジェット気流によって搬送し、衝突させる方法がある。この場合は芯体粒子1の表面にER無機物の微粒子2が高速で衝突し、固着して表層3を形成する。また、別の製造例としては、芯体粒子1を気体中に浮遊させておき、ER無機物を含有する溶液を霧状にしてその表面に噴霧する方法がある。この場合はER無機物を含有する溶液が芯体粒子1の表面に付着し乾燥することによって表層3が形成される。

【0028】しかし、無機・有機複合粒子を製造する好ましい製法例は、芯体1と同時に表層3を形成する方法である。この方法は、例えば、芯体1を形成する有機高分子化合物のモノマーを重合媒体中で乳化重合、懸濁重合または分散重合するに際して、ER無機物の微粒子2を上記モノマー中または重合媒体中に存在させて行うというものである。ここでの重合媒体としては水が好ましいが、水と水溶性有機溶媒との混合物も使用でき、また

(5)

7

有機系の貧溶媒を使用することもできる。この方法によれば、重合媒体の中でモノマーが重合して芯体粒子1を形成すると同時に、ER無機物の微粒子2が芯体粒子1の表面に層状に配向してこれを被覆し、表層3を形成する。乳化重合または懸濁重合によって無機・有機複合粒子を製造する場合には、モノマーの疎水性の性質とER無機物の親水性の性質を組み合わせることによって、ER無機物の微粒子2の大部分を芯体粒子1の表面に配向させることができる。この芯体1と表層3との同時形成方法によれば、有機高分子化合物からなる芯体粒子1の表面にER無機物の粒子2が緻密かつ強固に接着し、堅牢な無機・有機複合粒子が形成される。

【0029】本発明に使用する無機・有機複合粒子の形状は必ずしも球形であることを要しないが、芯体粒子1が調節された乳化・懸濁重合方法によって製造された場合は、得られる無機・有機複合粒子の形状はほぼ球形となる。無機・有機複合粒子の粒径は特に限定されるものではないが、0.1〜500 $\mu$ m、特に5〜200 $\mu$ m程度とすることが好ましい。このときのER無機物微粒子2の粒径は特に限定されるものではないが、好ましくは0.005〜100 $\mu$ mであり、さらに好ましくは0.01〜10 $\mu$ mである。

【0030】このような無機・有機複合粒子において、表層3を形成するER無機物と芯体1を形成する有機高分子化合物の重量比は特に限定されるものではないが、(ER無機物) : (有機高分子化合物) 比で(1〜60) : (99〜40)の範囲、特に(4〜30) : (96〜70)の範囲であることが好ましい。ER無機物の重量比が1%未満では得られたERF組成物のER効果が不充分であり、60%を超えると得られたERF組成物に過大な電流が流れるようになる。

【0031】上記のような各種の方法、特に芯体1と表層3を同時に形成する方法によって製造された無機・有機複合粒子は一般に、その表層3の全部または一部分が有機高分子物質や、製造工程で使用された分散剤、乳化剤その他の添加物質の薄膜で覆われていて、ER無機物の微粒子2のER効果が充分に発揮されないことが、分析測定の結果明らかとなった。この不活性物質の薄膜は該粒子表面を研磨することによって除去し得る。従って本発明のインク組成物にあっては、その表面を研磨した無機・有機複合粒子が用いられるのが好ましい。ただし、無機・有機複合粒子が芯体1を形成した後で上記の表層3を形成する方法によって製造された場合は、表層3の表面に不活性物質がなく、かつER無機物のER効果が充分に大きいので、研磨は必ずしも必要としない。

【0032】この粒子表面の研磨は、種々な方法で行うことができる。例えば、無機・有機複合粒子を水などの分散媒体中に分散させて、これを攪拌する方法によって行うことができる。この際、分散媒体中に砂粒やボールなどの研磨材を混入して無機・有機複合粒子と共に攪拌

8

する方法、あるいは研削といしを用いて攪拌する方法等によって行うこともできる。例えばまた、分散媒体を使用せず、無機・有機複合粒子と上記のような研磨材、研削といしを用いて乾式で攪拌して行うこともできる。さらに好ましい研磨方法は、無機・有機複合粒子をジェット気流等によって気流攪拌する方法である。これは該粒子自体を相互に気相において激しく衝突させて研磨する方法であり、他の研磨材を必要とせず、粒子表面から剥離した不活性物質を分級によって容易に分離し得る点で好ましい方法である。上記のジェット気流攪拌においては、それに用いられる装置の種類、攪拌速度、無機・有機複合粒子の材質等により研磨条件を特定するのが難しいが、一般的には6000rpmの攪拌速度で0.5〜15分程度ジェット気流攪拌するのが好ましい。

【0033】この発明のインクジェット記録用インク組成物は、上記ER粒子を分散剤、着色剤などの他の添加物とともに上記フッ素変性シリコンオイル中に均一に混合、分散させることによって得られる。ER粒子の分散には液状分散媒に固体粒子を分散させるために通常使用されるものが使用できる。この発明のインク組成物中のER粒子の含有率は、特に限定されることはないが、通常1.0〜60重量%、好ましくは10〜40重量%とされる。1.0重量%未満ではER効果の発現が乏しく、インクジェット記録用インクとして機能しなくなり、60重量%を越えると非電界印加時の組成物の粘度が過大となってインクとしての流動性を失い、同様にインクジェット記録用インクとして機能しなくなる。

【0034】また、本インク組成物で用いられる着色剤としては、黒色以外にカラー記録用として、シアン、マゼンダ、イエローの各色のものが用いられ、上記フッ素変性シリコンオイルに溶解する有機染料や着色、顔料等の色素が用いられる。着色剤の添加量は、インク組成物全量の0.01〜10重量%の範囲で適宜選ばれる。

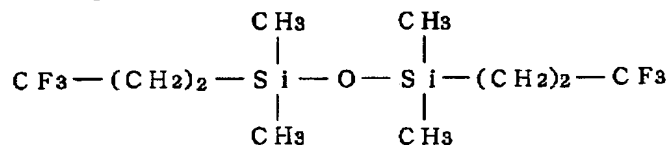
【0035】また、本発明にあっては、ER粒子自体をその製造時などにおいて、予め着色しておき、この着色ER粒子をフッ素変性シリコンオイルに分散させてもよい。この場合、ER粒子が上述の無機・有機複合粒子の時には、高分子芯体1および/または表層3に色素を用いることによって、それぞれ着色できる。高分子芯体1の着色には、高分子化合物の着色に通常使用される着色顔料や染料を用いることができ、表層3の着色には粒子2の電気レオロジー効果に悪影響を与えない着色顔料や染料が使用される。よって、この着色ER粒子を上述着色フッ素変性シリコンオイル中に分散させることにより、得られるインクジェット記録用インク組成物は任意に着色が可能である。さらに、本発明のインク組成物にあっては、必要に応じ、例えば鉱油、有機溶剤、低分子量合成樹脂、高級アルコール、着色安定剤、粘度調整剤、乾燥調整剤、酸化防止剤等の種々の添加剤を適宜添加することができる。

(6)

9

【0036】以下、具体例を示す。

(実施例1) 水酸化チタン(一般名; 含水酸化チタン、石原産業株式会社製、C-II) 40g、アクリル酸ブチル300g、1, 3-ブチレングリコールジメタクリレート100g及び重合開始剤の混合物を、第三リン酸カルシウム25gを分散安定剤として含有する1800mlの水中に分散し、60℃で1時間攪拌下に懸濁重合を行った。得られた生成物を濾過、酸洗浄し、さらに水洗後乾燥して無機・有機複合粒子を得た。この複合粒子をジェット気流攪拌機(株式会社奈良機械製作所製、ハイブリダイザー)を用いて4000rpmで3分間ジェット



【0039】このインク組成物を二重円筒型回転粘度計に入れ、25℃において内外円筒間に直流電圧2kV/mmを印加し、内筒電極に回転力を与え、各剪断速度( $\text{s}^{-1}$ )における剪断応力(Pa)、及び各剪断速度測定時における内外円筒間の電流値( $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ )を測定した。また無電圧印加時の各剪断速度( $\text{s}^{-1}$ )における剪断応力(Pa)も測定した。結果を表1に示す。

【0040】

【表1】

剪断速度 (1/S)	剪断応力 (Pa)		電流密度 ( $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ )
	E=0	E=2kV/mm	
890	25.2	506	5.2
534	14.6	527	5.2
320	10	517	5.2
191	—	502	5.2
115	—	485	5.8
40.9	—	448	5.2
14.2	—	398	5.8

【0041】(実施例2) 実施例1で作成したインク組成物を密栓付き透明容器に入れ、室温に放置してその沈降状況を目視によって評価した。

(比較例1) 実施例1で得られた表面研磨してなる無機・有機複合粒子を、灯油を分散媒として用い、含有率33重量%となるように均一に分散し比較例1のインク組成物を得た。これを実施例2と同様に密栓付き透明容器に入れ、その沈降状況を目視によって評価した。結果を表2に示す。

【0042】

【表2】

	実施例2	比較例1
10分後	◎	○
20分後	◎	△
30分後	◎	×

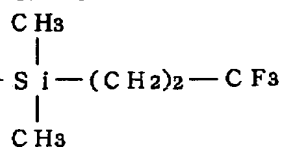
10

\* ト気流攪拌し、表面研磨してなる無機・有機複合粒子(ER粒子)を得た。このものの含水率はカールフィッシャー滴定法で0.65重量%であった。また、平均粒径は16.4 $\mu\text{m}$ であった。

【0037】このER粒子を、粘度が1.8cS/25℃、比重1.086/25℃、沸点187℃、屈折率1.363/25℃なる下記構造式の揮発性フッ素変性シリコンオイル中に、その含有率33重量%となるように均一に分散し、実施例1のインク組成物を得た。

【0038】

【化3】



【0043】◎; 沈降を認めなかった。

○; わずかに沈降を認め、液高さ上部15%程度に透明層があらわれた。

△; 明らかに沈降を認め、液高さ上部30%程度に透明層があらわれた。

×; 明らかに沈降を認め、液高さ上部40%程度に透明層があらわれた。

【0044】(実施例3) 実施例1のインク組成物1.0gを、直径6.5cmの円形に切ったインクジェットプリンタ用コート紙上に均一に塗布し、その揮発性を室温に放置して、指触にて評価した。

(比較例2) 比較例1のインク組成物1.0gを、実施例3と同様にコート紙上に塗布し、揮発性を評価した。

30 結果を表3に示す。

【0045】

【表3】

	実施例3	比較例2
30分後	○	×
60分後	◎	×
120分後	◎	△
150分後	◎	○
210分後	◎	◎

【0046】◎; 完全に乾燥状態。

○; 指触時、僅かに湿り気を感じる。

△; 指触時、湿り気を感じ、指先に組成物が少し付着する。

×; 指触時、指先に組成物がべっとりと付着し、乾燥状態を感じられない。

【0047】以上の実施例および比較例の結果から、この発明のインク組成物は、先行技術として先に挙げた日本印刷学会誌第29巻、第3号、第320~328頁

50 (1992年)に開示された灯油(ケロシン)を分散媒

(7)

11

として用いたER流体からなるインク組成物に比べて優れた揮発性、優れた耐粒子沈降安定性を示し、インクジェット記録用インク組成物として好適であることがわかる。

【0048】

【発明の効果】以上説明したように、本発明のインクジェット記録用インク組成物は、上記一般式(1)で表され、25℃における比重が1.00～1.50で、沸点が50～300℃である揮発性フッ素変性シリコンオイル中にER粒子を分散した粒子分散型ER流体を含有するものであるもので、優れた揮発性と優れた耐粒子沈降安定性を示し、インクジェット記録用インク組成物として好適なものである。

【0049】また、ER粒子として、有機高分子化合物

12

からなる芯体と電気レオロジー効果を有する無機物からなる表層とからなる無機・有機複合粒子を用いれば、極めて高いER効果が得られるため、インク組成物のノズルからの噴射を正確かつ確実に制御することができ、高品位の印刷物を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

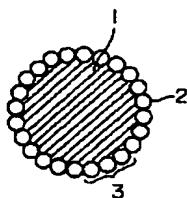
【図1】 本発明のインク組成物に用いられるER粒子の好適例である無機・有機複合粒子の構造を模式的に示す断面図である。

10 【図2】 ER流体をインクとして使用するインクジェット記録方式の原理を示す概略断面図である。

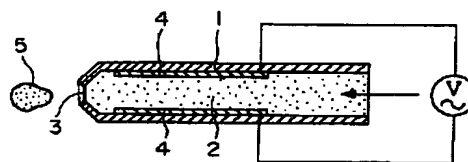
【符号の説明】

1…ノズル、2…インク、4…電極

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72) 発明者 岡村 恵太

東京都板橋区蓮根3丁目25番3号 藤倉化成株式会社内

(72) 発明者 峯村 正彦

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1-10 信越化学工業株式会社シリコン電子材料技術研究所内

(72) 発明者 山本 昭

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1-10 信越化学工業株式会社シリコン電子材料技術研究所内